

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	环合粗品	项目编号	20230903-862
样品性状	褐色膏状固体	样品重量	600mg
收样日期	2024/09/05	测试期间	2024/09/05-2024/09/09
目标物信息			
客户粗品分析图:			
图 1 客户分析图			
目标物保留时间	杂质 1: 4.9min 杂质 2: 7.7min	面积归一化含量 (254nm, %)	/
实验要求			
筛选合适色谱柱和流动相，开发制备方法，要求目标物纯度达到 95%			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
甲醇	色谱级	月旭	
甲醇	制备级	月旭	
水	一级	月旭	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
分析型液相色谱仪	U3000	赛默飞	
制备型液相色谱仪	Sail1000	U3000	



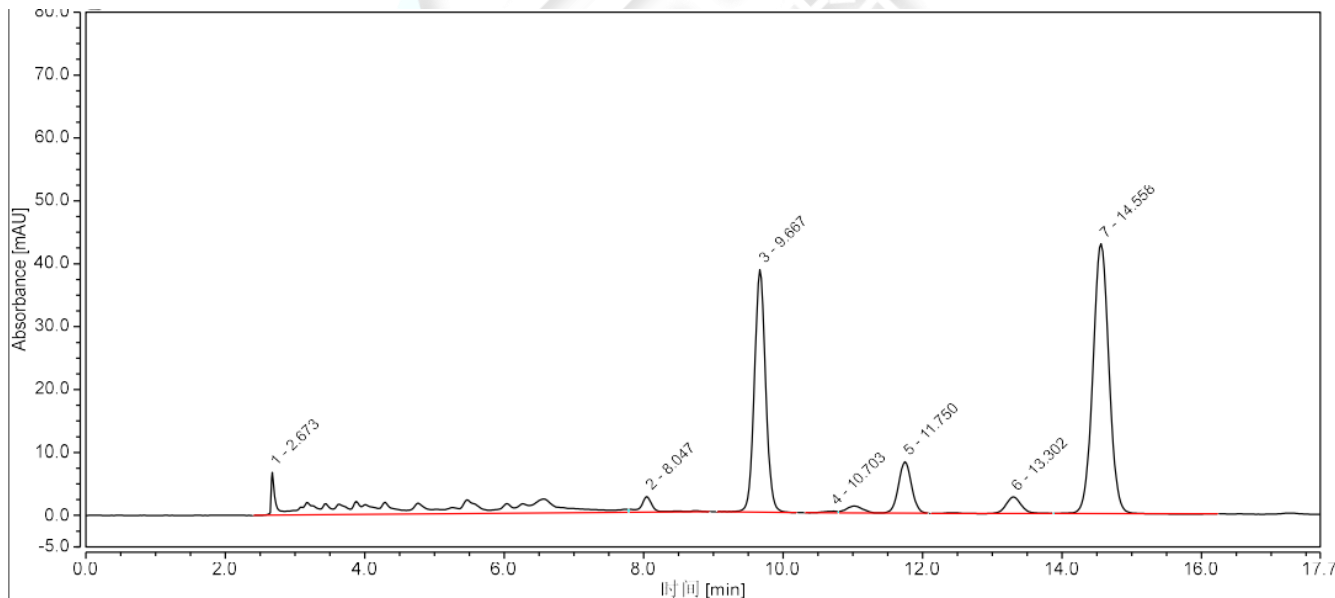
1. 试验过程

1.1. 方法重现

称取样品 12mg，置于 5mL 离心管中，加入 1ml 甲醇和 1ml 水溶解，过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Xtimate C18 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	水		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	1ml/min		
进样量	5μl		
柱温	30°C		
检测波长	254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	80	20
	30	80	20

分析图谱如图 2 所示：



积分结果								
序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	S/N	相对峰面积 %	分离度 (EP)	塔板数 (EP)	不对称度 (EP)
1		2.673	5.494	392.5	20.04	34.85	20054	n.a.
2		8.047	0.506	26.0	1.85	6.20	18969	n.a.
3		9.667	7.214	402.1	26.31	n.a.	17785	1.06
4		10.703	0.055	n.a.	0.20	n.a.	n.a.	n.a.
5		11.750	2.070	85.1	7.55	4.29	19059	1.02
6		13.302	0.676	27.6	2.47	3.14	19156	1.10
7		14.558	11.402	447.7	41.59	n.a.	19429	1.02
总和:			27.419		100.00	48.49		

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

第 2 页 共 6 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 7.66min 和 14.55min 为目标物。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

取 4.1 项下的进样小瓶进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-C18 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	水		
流动相 B	色谱级甲醇		
流速	1ml/min		
进样量	5μl		
柱温	30°C		
检测波长	254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	80	20
	30	80	20

分析图谱如下图 3 所示：

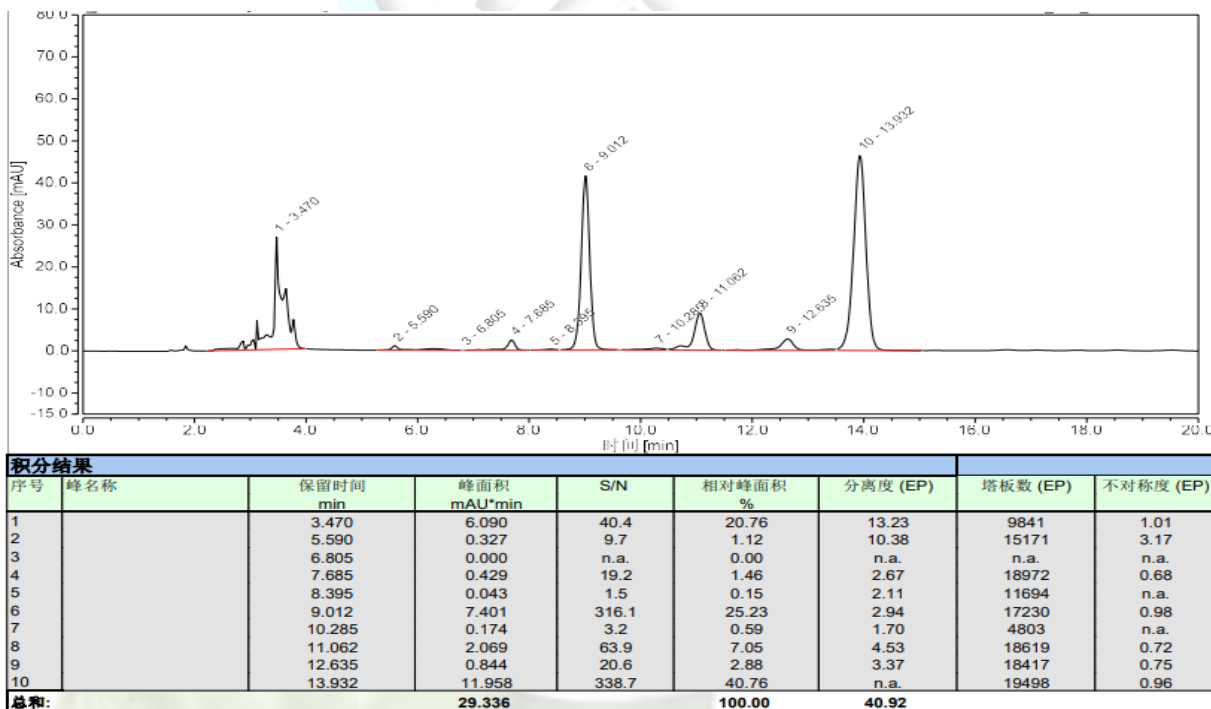


图 3 方法开发图谱

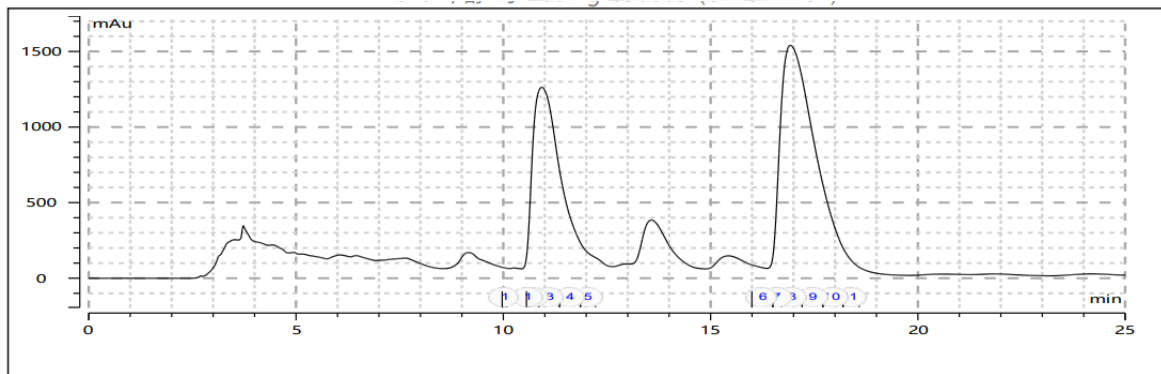


1.2.2. 样品制备

称取样品 80mg，加入 15ml 甲醇：水（2:8）溶解稀释，过滤，制备液相条件如下所示：

仪器	Sail1000		
色谱柱	Ultimate XB-C18 21.2×250mm, 5 μ m		
流动相 A	水		
流动相 B	制备级甲醇		
流速	20ml/min		
进样量	80mg		
柱温	室温		
检测波长	254nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	80	20
	30	80	20

制备图谱如图 4 所示：



峰列表

图 4 粗品制备图

经过制备，将目标馏分段收集到三角瓶中，待馏分检测合格后冻干。

1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中收集到的两个目标物馏分分别进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 5，图 6 所示：



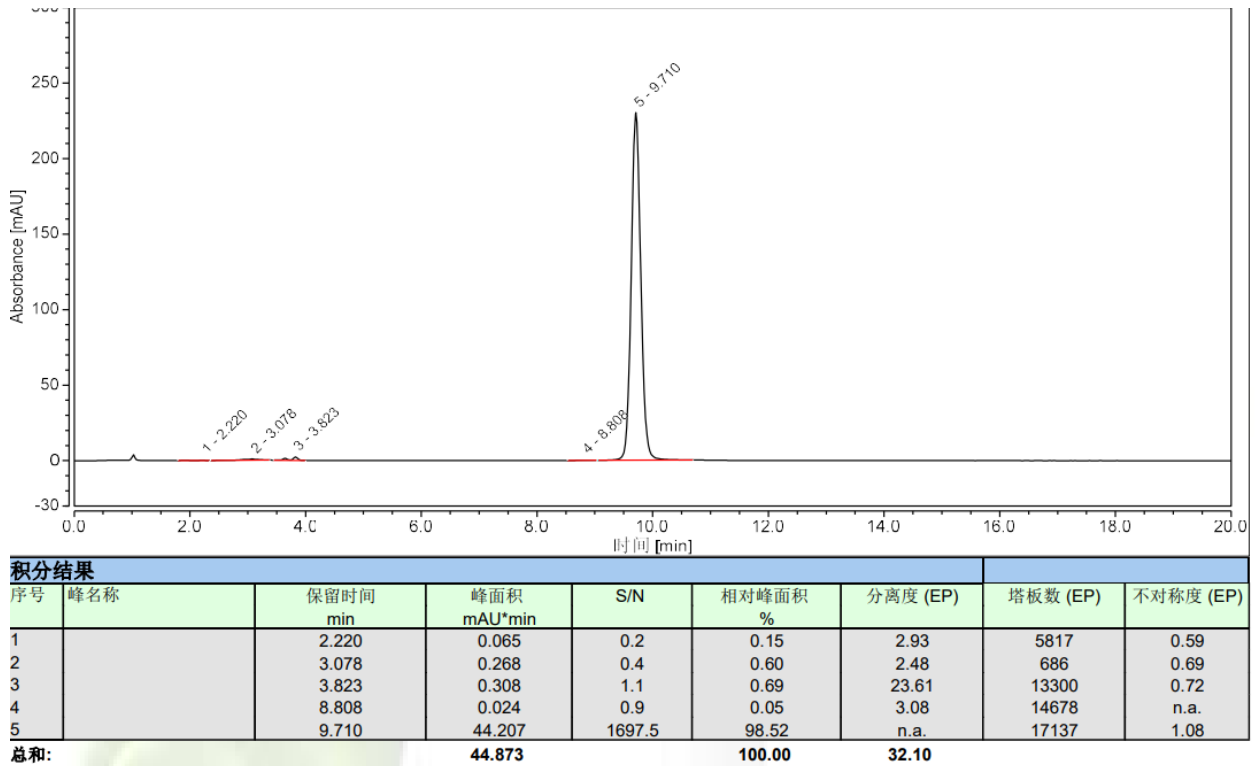


图 5 馏分 2-4 分析图谱

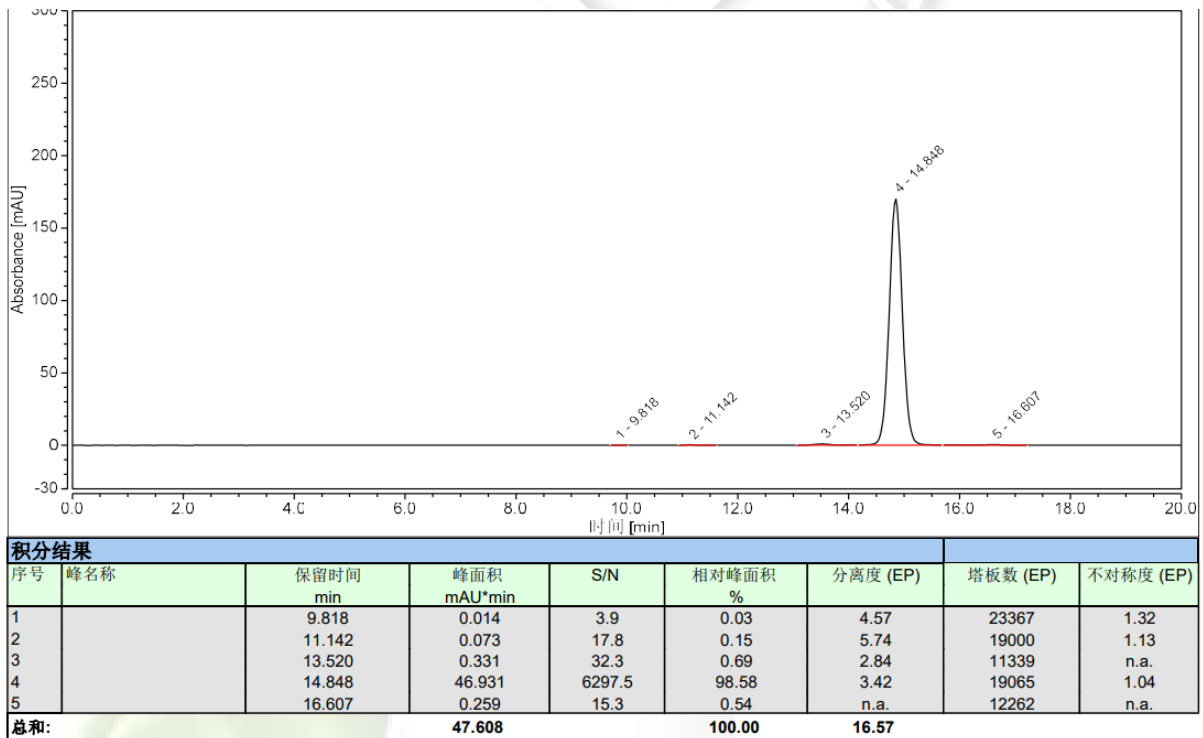


图 6 馏分 7-10 分析图谱

结论：由图可见，目标峰 1 馏分液 2-4 面积归一化含量为 98.52%（254nm），目标峰 2 馏分液 7-10 面积归一化含量为 98.58%（254nm），均纯度符合客户要求（≥95%）。



2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C18, 21.2×250mm,5μm 在此色谱条件下进行制备, 单针上样量为 80mg 时, 目标峰 1 馏分液面积归一化含量为 98.52% (254nm), 目标峰 2 馏分液面积归一化含量为 98.58% (254nm), 均纯度符合客户要求 (≥95%), 制备结果满足客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2024/09/14

